

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-267793

(43)Date of publication of application : 04.11.1988

(51)Int.Cl.

C07F 11/00
C07F 15/02
C07F 15/06
G03G 9/08

(21)Application number : 62-102048

(22)Date of filing : 27.04.1987

(71)Applicant : HODOGAYA CHEM CO LTD

(72)Inventor : NIIMURA ISAO
YAMAGA HIROYOSHI
AKUSAWA NOBORU
SUZUKA SUSUMU

(54) METAL COMPLEX SALT AND TONER FOR ELECTROPHOTOGRAPHY

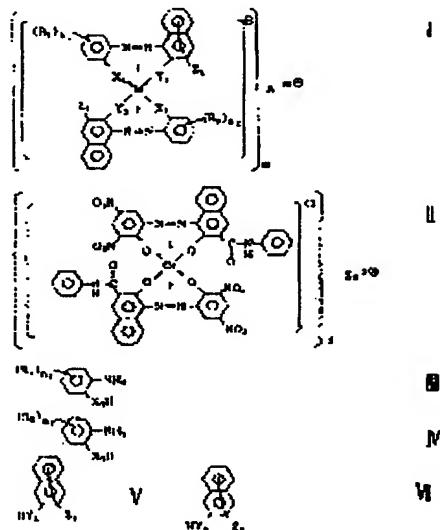
(57)Abstract:

NEW MATERIAL: A compound of formula I [R1, R2 are H, 1W18C alkyl, alkenyl, sulfonamide, alkylaminosulfone, sulfonic acid; n1, n2 are 1W4; Z1, Z2 are H, COOH, -COO3 (R3 is phenyl, 1W18C alkyl, aryl, 1W22C cyclic alkyl), -CONHR4 (R4 is phenyl 1W18C alkyl, aryl, 3W12C cyclic alkyl); X1, X2, Y1, Y2 is in the ortho-position to the azo group and represent, -O-, -COO-, -NH; M is Cr, Co, Fe; A+ is divalent to hexavalent inorganic cation, organic cation; m is 2W6].

EXAMPLE: The compound of formula II.

USE: Toner for electrophotography.

PREPARATION: A diazo component of formula III or IV is diazotized and the diazo compound is coupled with a coupling component of formula V or VI to prepare a monoazo compound. The monoazo compound is treated with Cr, Co or Fe compound and subjected to ion-exchange treatment with a polyvalent metal salt corresponding to Am+.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑱ 公開特許公報 (A)

昭63-267793

⑲ Int. Cl.

C 07 F 11/00
15/02
15/06

G 03 G 9/08

識別記号

3 4 4

厅内整理番号

A-6917-4H
6917-4H
6917-4H

⑳ 公開 昭和63年(1988)11月4日

7265-2H 審査請求 未請求 発明の数 2 (全15頁)

㉑ 発明の名称 金属錯塩化合物および電子写真用トナー

㉒ 特願 昭62-102048

㉓ 出願 昭62(1987)4月27日

㉔ 発明者 新村 勲 東京都北区神谷町3丁目7番6号 保土谷化学工業株式会社中央研究所東京分室内

㉔ 発明者 山鹿 博義 東京都北区神谷町3丁目7番6号 保土谷化学工業株式会社中央研究所東京分室内

㉔ 発明者 阿久沢 昇 東京都北区神谷町3丁目7番6号 保土谷化学工業株式会社中央研究所東京分室内

㉔ 発明者 鈴鹿 進 東京都北区神谷町3丁目7番6号 保土谷化学工業株式会社中央研究所東京分室内

㉔ 出願人 保土谷化学工業株式会社 東京都港区虎ノ門1丁目4番2号

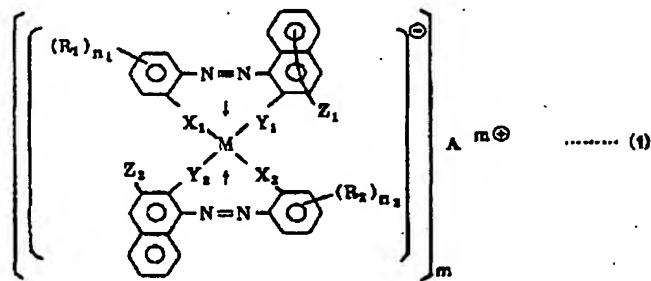
明細書

1. 発明の名称

金属錯塩化合物および電子写真用トナー

2. 特許請求の範囲

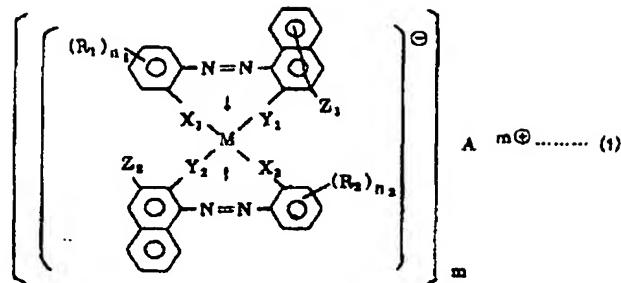
1. 下記一般式



(式中、R₁およびR₂は水素原子、C_{1~12}のアルキル(置換アルキルを含む)、アルケニル、スルホニアミド、アルキルアミノスルホン、スルホン酸、カルボキシカルボン酸、C_{1~12}のアルコキシ、アセチルアミノ、ベンゾイルアミノ、コトロ基またはヘロダジン原子を表わし、R₁とR₂は同じであつても異なつてもよい。X₁、X₂およびY₁、Y₂はアゾ基に対しオルソ位に存在し、-O-、-C=O-、-NH-、-N- (R₃はC_{1~4}のアルキル基)を表わし、X₁とX₂およびY₁とY₂は同じであつても異なつてもよい。Mはクロム、コバルト、鉄原子を表わす。A⁺は2~6個の無機陽イオン、有機陽イオンを表わし、mは2~6の整数を表わす)で表わされる金属錯塩化合物。

なつていてもよく、n₁およびn₂は1~4の整数を表わし、Z₁およびZ₂はH、-COOH、-COOB₃ (B₃はフェニル(置換フェニルを含む)、C_{1~12}のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、C_{3~12}の環状アルキル(置換アルキルを含む)基)、-CONHR₄ (R₄はフェニル(置換フェニルを含む)、C_{1~12}のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、C_{3~12}の環状アルキル(置換環状アルキルを含む)基)、-NHCOR₅ (R₅はC_{1~12}のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、C_{3~12}の環状アルキル(置換環状アルキルを含む)基)を表わし、Z₁とZ₂は同じであつても異なつてもよい。X₁、X₂およびY₁、Y₂はアゾ基に対しオルソ位に存在し、-O-、-C=O-、-NH-、-N- (R₃はC_{1~4}のアルキル基)を表わし、X₁とX₂およびY₁とY₂は同じであつても異なつてもよい。Mはクロム、コバルト、鉄原子を表わす。A⁺は2~6個の無機陽イオン、有機陽イオンを表わし、mは2~6の整数を表わす)で表わされる金属錯塩化合物。

2 下記一般式



(式中、 R_1 および R_2 は水素原子、 C_{1-18} のアルキル(置換アルキルを含む)、アルケニル、スルホンアミド、アルキルアミノスルホン、スルホン酸、カルボキシエステル、 C_{1-18} のアルコキシ、アセチルアミノ、ベンゾイルアミノ、ニトロ基またはヘロゲン原子を表わし、 R_1 と R_2 は同じであつても異なつていてもよく、 n_1 および n_2 は1～4の整数を表わし、 Z_1 および Z_2 はH、-COOH、-COOR₃(R_3 はフェニル(置換フェニルを含む)、 C_{1-18} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換アルキルを含む)基)、-CONHR₄

(従来の技術)

電子写真は光導電性物質などにより構成された光導電体上に潜像を構成し、これを粉末現像剤で現像し顕像化、さらに熱あるいは溶剤、場合によつては圧力によつて紙上に定着する方法が一般的である。このような電子写真的現像剤としては、現像粉あるいはトナーと呼ばれる樹脂と着色剤とから成る微粒子粉末とキャリヤーと呼ばれる微小なガラス玉あるいは鉄粉または各種樹脂表面処理した鉄粉、フエライトなどの混合物が使用される。またこの場合、キャリヤーとして混めて微細なフエライトあるいはマグネタイトなどを使用したものが一成分系現像剤と呼ばれ、前者のものと区別することもできる。本発明はこれらの現像剤のトナーと呼ばれる現像粉に関するものである。光導電体層は正または負に荷電することができるので、オリジナルの下で露光により正または負の静電潜像が得られる。そこで負の静電潜像上に正に帯電したポジーポジ像が生ずる。しかし正の静電潜像上に負に帯電した現像粉で現像を行ひと黑白のト

(R_4 はフェニル(置換フェニルを含む)、 C_{1-18} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換環状アルキルを含む)基)、-NHCOR₅(R_5 は C_{1-18} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換環状アルキルを含む)基)を表わし、 Z_1 と Z_2 は同じであつても異なつてもよい。

X_1 、 X_2 および Y_1 、 Y_2 はアゾ基に対しオルソ位に存在し、-O-、-C=O-、-NH-、-N-
 $\begin{array}{c} \text{O} \\ | \\ R_6 \end{array}$
 C_{1-18} のアルキル基)を表わし、 X_1 と X_2 および Y_1 と Y_2 は同じであつても異なつてもよい。Mはクロム、コバルト、鉄原子を表わす。 A^{\oplus} は2～6価の無機陽イオン、有機陽イオンを表わし、mは2～6の整数を表わす)で表わされる金属錯塩化合物を含有することを特徴とする電子写真用トナー。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、金属錯塩化合物および電子写真、静電記録などの静電潜像を現像するためのトナーに関する。

ーんが逆になつてオリジナルの陰画すなわちポジーネガ像が得られる。このように電子写真用の現像粉としては正に帯電した現像粉と負に帯電した現像粉の二種類がある。

本発明はこのうち負に帯電する現像粉に関するものである。

一般に現像粉は合成樹脂に染料、顔料などの着色剤を混合した微粒子粉末である。

現像粉を負に帯電するため、それに混入する染料は着色とともに荷電剤剤としての静電特性が重要な役割を果している。とくに着色剤として従来使用されている染料、顔料はほとんど正に帯電するものが多く、負に帯電するとしても帯電性が弱く、正反像が入りまじつたり、かぶりを生じたりして鮮明な画像が得られなかつた。

これらの点を改良する目的から従来の負荷電剤剤としては、特公昭55-42752号公報、特開昭57-167033号公報、特開昭61-91667号公報、特公昭61-45229号公報、特開昭57-141452号公報、特開昭

58-111049号公報、特開昭58-185653号公報、特開昭61-155463号公報、特開昭61-155464号公報などをあげることができがこれらの化合物は、従来の低～中速タイプの電子写真式複写機用現像剤として効果は認められるものの、最近の高速タイプの複写機および電子写真式プリンター用の現像剤としては目的を達しそれ、連続複写あるいは印刷において、5万～10万枚程度が限界でもつた。

(発明が解決しようとする問題点)

すなわち、これら長時間連続あるいは一度に多量に処理すべき高速複写や印刷用現像剤用の荷電剤としては連続 20 万枚以上の複写や印刷においては特に現像剤の荷電量、画像に変化をしないものが必要となる。

(開拓点を解決するための手段)

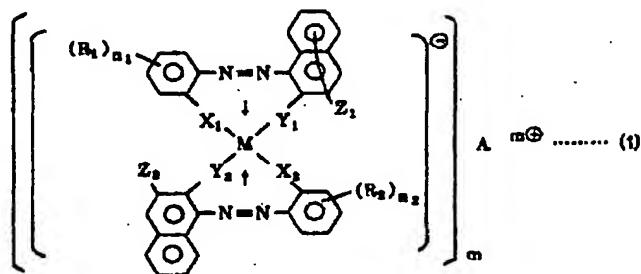
本発明者らは、この点に着目して負の特性を有し、とくに使用樹脂との相容性がきわめて良好でかつ、電子複写システムにおいて、不可欠な摩擦作用が過渡にくり高えられた状態においても摩擦

カルボキシエステル、 C_{1-10} のアルコキシ、アセチルアミノ、ベンゾイルアミノ、エトロ基またはハロゲン原子を設わし、 R_1 と R_2 は同じであつても異なつていてもよく、 n_1 および n_2 は1～4の整数を設わし、 Z_1 および Z_2 はH、-COOH、-COOR₃ (R_3 はフェニル(置換フェニルを含む)、 C_{1-10} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換アルキルを含む)基)、-CONHR₄ (R_4 はフェニル(置換フェニルを含む)、 C_{1-10} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換環状アルキルも含む)基)、-NHCOR₅ (R_5 は C_{1-10} のアルキル(置換アルキルを含む)、アリル、 C_{3-12} の環状アルキル(置換環状アルキルも含む)基)を設わし、 Z_1 と Z_2 は同じであつても異なつてもよい。

X_1 、 X_2 および Y_1 、 Y_2 はアゾ基に対しオルソ位に存在し、 $-O-$ 、 $-C-O-$ 、 $-NH-$ 、 $-N-$ （ R_6 は C_{1-6} のアルキル基）を表わし、 X_1 と X_2 および Y_1 と Y_2 は同じであつても異なるつてもよい。Mはクロム。

衝突物質（カリウムアセテート等）に対し、
化学的あるいは電気的な変化を起さない化合物を見い出し、またこれらの化合物の添加されたトナーは、20万枚以上の連続複写や印刷において、
その静电特性はむろん、それらの現像画像をまつたく、悪化させないことを見い出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明の第1の発明は、次式
一般式



式中、 R_1 および R_2 は水素原子、 C_{1-10} のアルキル（置換アルキルを含む）、アルケニル、スルホンアミド、アルキルアミノスルホン、スルホン酸、

コバルト、鉄原子を含む。A^② は 2 ~ 6 価の無機陽イオン、有機陽イオンを含むし、B^③ は 2 ~ 6 の空数を含む)で表わされる金属錯体化合物であり、第 2 の発明は、上記一般式(1)で表わされる金属錯体化合物を荷電剤抑制剤および着色剤として含有する電子写真用現像液である。

上記金属錯塩化合物は静電的に負に帯電する性質を有し、したがつて適当な現像用樹脂と所望の割合で混合して負に帯電する現像粉をきわめて容易にうることができる。

また上記式(1)で示される化合物に類似するトナ
ー用着色剤としての金属錯塩化合物は次に詳述す
るようにな多くあるが、本発明に係る化合物は公
知化合物と比較して、対イオンとして2価以上の
無機カチオンおよび有機カチオンを有するために、
1分子の構造が増大し、主成分のパンダーである
各種樹脂に対して分散性が容易となり、均一に添
加させることができ。しかも一塗分散されたものは、
樹脂との強固な結びつきに起因し、現像物
製造上の粉砕や分級等の物理的衝撃などにおいて

ても過曝現像が起らず、帯電荷分布の極めて均一な現像粉となつた。

このことは現像粉の帯電特性に対する重要な点である。更に発明者らは、すでに類似化合物として金属性塩化合物を含有する電子写真用トナーに関する発明を特開昭57-141452、特開昭58-111049、特開昭61-101558号公報において出願しているが、これらの発明に比較して本発明の場合には、金属錯塩化合物の構造の違いにより、近年現像剤として最も重視されているロングラン性に特徴がある。すなわち、従来の現像粉を使用した現像剤の場合、たとえば二成分系現像剤において、現像粉はキャリヤー物質とをかきませ工程によつて摩擦帯電を起させ、必要とする一定の帯電量を得、帯電した現像粉は感光体に静電付着し、更に紙に転写後、定着して画像として消費され、消費分にほぼ相当した現像粉は、追加供給されるシステムが一般的である。一方、キャリヤー成分はサイクルされて常に現像粉の摩擦帯電剤として使用されている。摩擦帯電は

20万枚まで得ることができた。

さらに詳細に説明すると、本発明の第一の発明の金属錯塩化合物は、下記一般式

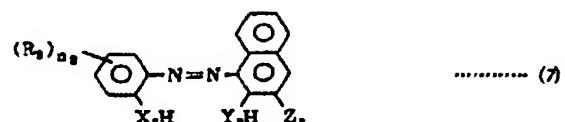
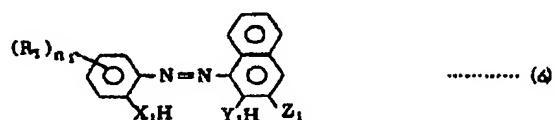


(式中、 R_1 、 R_2 、 X_1 、 X_2 および n_1 、 n_2 は前に定義した通りである。)で表わされるジアゾ成分を常法によりジアゾ化し、このジアゾ化合物を、下記一般式



主に現像粉とキャリヤー表面によつて発生し、この場合、特にキャリヤー表面の物理的あるいは化学的变化が起ると、摩擦帯電現象に変化し、一般的に帯電量不足が起り、そのことから複数画像の不鮮明性やカブリ等が発生してしまう。その場合は、キャリヤーあるいは現像剤金属を新しいものに交換しなければならず、従来の公知の化合物の含有する現像剤ではいずれの場合も10万枚が限度であつた。発明者らは、この原因が、キャリヤー表面に従来公知となつてゐるは荷剤剤などとの添加剤やバインダー樹脂などがキャリヤー表面への付着や汚染に起因するものと考え、前々検討した結果、本発明の化合物を添加された現像粉は、各種キャリヤーに付着や汚染などほとんど起さず、その結果、連続複写や印刷20万枚まで帯電量の変化もなく、画像もまづなく変化なく、鮮明でカブリのない、階調性に富む複写や印刷物を得ることができた。なお、一成分系現像剤においても、現像剤ポツタスや摩擦部材への付着や汚染が起らず、二成分系現像剤の場合と同様に良好な画像を得ることができた。

(式中、 Y_1 、 Y_2 、 Z_1 、 Z_2 は前に定義した通りである。)で表わされるカツプリング成分と常法に従いカツプリングすることにより、下記一般式



(式中、 R_1 、 R_2 、 n_1 、 n_2 および X_1 、 X_2 、 Y_1 、 Y_2 、 Z_1 、 Z_2 は前に定義した通りである。)で表わされるモノアゾ化合物を合成し、次にこのモノアゾ化合物を水あるいは有機溶媒中、常法によりクロム、コバルトあるいは鉄金属化付与剤で処理し、さらに Am^{2+} に相当する多価金属あるいは多価アルカリアンモニウム塩で対イオン交換使用することにより、目的物を高収率で得ることができる。

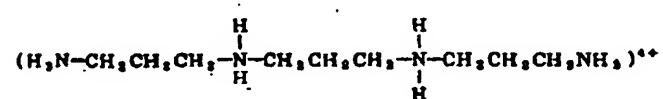
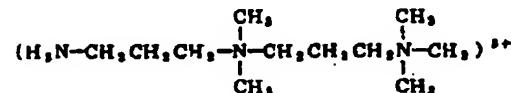
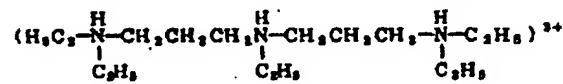
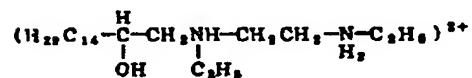
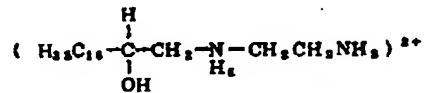
本発明で用いる上記一般式(2)および(3)で表わされるジアゾ成分としては、例えば4-クロロ-2-アミノフェノール、3,5-ジクロロ-2-アミノフェノール、3,4,6-トリクロロ-2-アミノフェノール、6-クロロ-4-ニトロ-2-アミノフェノール、4,6-ジエトロ-2-アミノフェノール、6-ブロム-4-ニトロ-2-アミノフェノール、4-ニトロフェノール、3-ニトロ-2-アミノフェノール、4-フッ化-2-アミノフェノール、4-スルホン-5-ニトロ-2-アミノフェノール、4-スルホンアミド-2-アミノフェノール、4-メチル-2-アミノフェノール、4,6-ジメチル-2-アミノフェノール、6-メチル-4-ニトロ-2-アミノフェノール、4-オクチル-2-アミノフェノール、4-アセチルアミノ-2-アミノフェノール、2-アミノフェノール、2-アミノオフエノール、アンスラニル酸、4-クロロ-2-アミノ安息香酸、5-クロロ-2-アミノ安息香酸などをあげることができる。

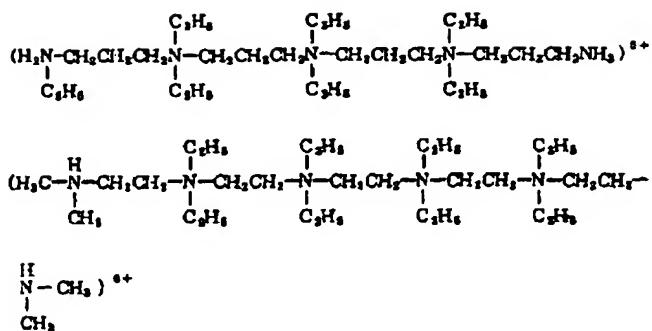
フタニリド、3-ヒドロキシ-2-N-2',6'-ジイソプロピルフェニルカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-N-4'-オクチルフェニル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-プロピルカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-オクタカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-ドデシルカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-オクタデシルカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-オクタカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-シクロプロピルカルバモイル-ナフタリン、3-ヒドロキシ-2-N-シクロドデシルカルバモイル-ナフタリン、2-ヒドロキシ-3-オクチルアミドなどをあげることができる。

また、 A^{m+} で表わされる無機カチオンとしては例えば、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Br^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Tl^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Sn^{2+} 、 Si^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{3+} 、 Si^{3+} 、 Tc^{4+} 、 Tl^{4+} 、

上記一般式(4)、(5)で表わされるカツプリング成分としては、例えば、2-ナフトール、2-ヒドロキシ-3-ナフトエ酸、2-ナフトエ酸、2-ヒドロキシ-3-(n)-ブチルエステル、2-ヒドロキシ-3-オクチルエステル、2-ヒドロキシ-3-オクタデシルエステル、2-アミノナフトール、2-モノメチルアミノナフトール、2-チオナフトール、3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-4'-クロロ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト-3-アニシジット、3-ヒドロキシ-2-ナフト-3-アニシジット、3-ヒドロキシ-0-フェニチジット、3-ヒドロキシ-2',5'-ジメトキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト-3-オルトイジット、3-ヒドロキシ-2-ナフト-2',4'-キシリジット、3-ヒドロキシ-3'-ニトロ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-メチル-4'-クロロ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2',4'-ジメトキシ-5'-クロロ-2-ナ

Zr^{4+} 、 Ge^{4+} 、 W^{6+} 、 Mo^{6+} 、 W^{4+} 、 Mo^{4+} などをあげることができ、有機カチオンとしては例えば、





などをちがえることができる。

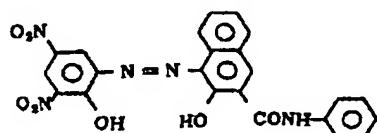
本発明のトナーは前記金属錯塩化合物の他に、
精溶液と着色物質を含有するが、本発明のトナ
ーに好適に使用できる着色物質としては、ポリス
チレン、ポリビニルトルエンなどのステレン及び
その置換体の単量体、ステレン-1-置換ステレン共
重合体、ステレン-1-アクリル酸エステル系の共重
合体、ステレン-1-メタアクリル酸エステル系の共重
合体、ステレン-1-アクリロニトリル共重合体、
ポリ塩化ビニル系、ポリニチレン、シリコーン樹
脂、ポリエスチル、ポリウレタン、ポリアミド、

《寒山集》

以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものではない。説明中、郎とは重量部である。

实施例 1

4,6-ジユトロ-2-アミノフェノール 1.9.9
 部を 1.0 部の過塩酸および水 4.0.0 部と共にかきませた後、水冷し 0~5℃ とし、亜硝酸ナトリウム 6.9 部を加え、同温で 2 時間かきませて、ジアゾ化した。このジアゾ化物を 0~5℃ で水 5.0.0 部、1.0 部の水酸化ナトリウムおよび 2.6.3 部の 3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリドの混合液に注入し、カツブリング反応を行つた後、次の構造式を有するモノアゾ化合物を単離した。



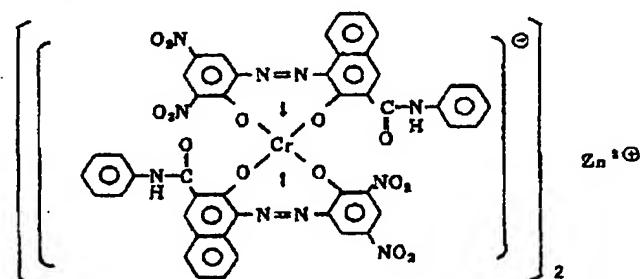
このモノアゾ化合物のペーストを200倍のエチレングリコールに溶解し、5%の本酸化ナトリ

エポキシ樹脂、変性ロジン、フェノール樹脂などの単独あるいは混合して用いることができる。

褐色物質としては、たとえばC.I.ビタメントイエロー-12、C.I.ソルベントイエロー-16、C.I.ダイスバーズイエロー-33、C.I.ビタメントレッド122、C.I.ソルベントレッド19、C.I.ビグメントブレ-15、C.I.ビグメントブラック1、C.I.ソルベントブラック3、C.I.ソルベントブラック22およびカーボンブラックなどを用いることができる。また従来の公知の電荷剝離剤の作用を有する有色染料と併用する事によつて、公知の電荷剝離剤の長期間安定性に欠ける欠点を大幅に改善できることも本發明の特徴の一つである。

更に、本発明のトナーで好適に使用できるキャリアーとしては、鉄粉系キャリアー、フェライト系非コーティングキャリアー、シリコン系フェライトキャリアー、アクリル変性シリコン系フェライトキャリアー、フッ素変性シリコン系フェライトキャリアーなどのコーティングキャリアーなどをあげることができる。

ウムおよび 1,7,4 部のクロムサルツル酸ナトリウムを加え、110~120℃で 2 時間かきませクロム化を行つた。次に硫酸亜鉛 16.2 部を加え、50~60℃で 1 時間かきませて対イオン交換処理を行ない生成物をロ別し、50~60℃で減圧乾燥して下記式で示される黒色粉末のクロム錯化合物 51 部を得た。



このクロム鉱塩化合物をジメチルホルムアミドに溶解させると黒色(最大吸収波長578nm)を呈した。

燃点: 500℃以上

元素分析：

	C	H	N	Cr	Zn
分析値	53.95	2.60	1.367	5.07	3.19
理論値	53.76	2.53	1.364	5.06	3.18

トナーの製造：

ステレンーアクリル系共重合系樹脂〔ハイマーTB-1000(三洋化成工業製品)200部にカーボンブラック(リーガル400R(キヤウト社製品)15部と組合せ成した金属錯塩化合物2部を加え、よく混合し、加熱二軸ニーダーで溶樹脂化し、冷却後シエントミル粉碎し、平均粒径5~15μmに分級し、得られた粉体をコロイダルシリカR-972(日本エアロジル社製品)で表面処理し、現像粉(A)を得た。一方、比較对照として上記金属錯塩化合物において、対イオン交換する前の錯塩化合物を用いて同様の処理して現像粉(B)を得た。この現像粉(A)および(B)について、100~150メッシュの錫粉キャリヤーと5:100(T/C比)の質量比で混合して各々現像剤として、連続複写試験(ランニングテスト)

を実施し、画像性および現像粉のトナー帶電特性を測定した。

ランニングテストによる画像性および帶電特性結果：

	画像性		帶電性(μC/g)	
	初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)
現像粉(A)	黑色鮮明	初期と同じ	23.2	23.1
現像粉(B) (比較)	黑色鮮明	不鮮明 かぶり	23.3	8.5

上記の結果から、本発明の金属錯塩化合物を使用したものが従来の公知の錯塩化合物の場合に比べ、連続複写試験において優れて画像性、帶電特性にすぐれていることがわかつた。

実施例2~15

実施例1に準じ、金属錯塩化合物を合成し、次表に示す現像剤組成で、実施例1と同様の操作によりトナーを得、これらのトナーの画像性および帶電特性についても調べた。これらの結果もあわ

実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	画像性		帶電性(μC/g)	
			初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)
2.		ステレン-α-ブチルアクリレート: 1.5部 カーボンブラック: 1.5部 左記金属錯塩化合物: 0.2部 コロイダルシリカ: 0.02部 フェライトキャリヤー: 500部	黑色鮮明	初期と同じ	-19.5	-19.2
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに左記金属錯塩化合物: 0.2部		不鮮明 かぶり	-19.5	-8.1

実施例	金属錯塩化合物	現使用の組成	電 像 性		帶電特性 (μC/F)	
			安 定 性			
			初 期 (1~5万枚目)	通 続 (20万枚目)	初 期 (1~5万枚目)	通 続 (20万枚目)
3		ステレン-メチルメタクリレート : 20 部 カーボンブラック : 1.7 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部 ロライドルシリカ : 0.02 部 鉄粉キャリヤー : 500 部	黒色鮮明	初期と同じ	-213	-211
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに左記金属錯塩化合物 : 0.2 部		不鮮明 かぶり	-20.4	-11.5

実施例	金属錯塩化合物	現使用の組成	電 像 性		帶電特性 (μC/F)	
			安 定 性			
			初 期 (1~5万枚目)	通 続 (20万枚目)	初 期 (1~5万枚目)	通 続 (20万枚目)
4		ポリエチレン-酢酸ビニル共重合体 : 60 部 左記金属錯塩化合物 : 1 部 マグネットイト : 40 部	黒色鮮明	初期と同じ	-17.3	-17.4
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに左記金属錯塩化合物 : 1 部		不鮮明 かぶり 地汚れ	-1.81	-5.4

実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	電 像 性		帶電特性 (pD/P)	
			初用	通常	安 定 性	
			(1~5万枚目)	(20万枚目)	初用	通常
5		エポキシ樹脂 : 20 部 カーボンブラック : 2 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部 シリコン樹脂コーティング フェライトキャリア : 500 部	黒色鮮明	初期と同じ	-313	-241
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部		不鮮明 かぶり	-204	-67

実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	電 像 性		帶電特性 (pD/P)	
			初用	通常	安 定 性	
			(1~5万枚目)	(20万枚目)	初用	通常
6		アクリルーステレン共重合体 : 45 部 カーボンブラック : 3 部 左記金属錯塩化合物 : 0.5 部 アクリル酸性シリコン系樹脂 コーティングフェライトキャ リヤー : 400 部	黒色鮮明	初期と同じ	-197	-126
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.5 部		不鮮明 かぶり	-194	-69

実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	画像性		帶電特性 ($\mu\text{C}/\text{V}$)	
			初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	安定性	
					初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)
7		($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$) ¹⁺	(ポリエスチル樹脂 : 20 部 カーボンブラック : 1.8 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部) フッ素空気シリコン樹脂ゴー テイングエライトキヤリア ー : 500 部	黑色鮮明 初期と同じ	-21.3	-21.8
比較例		($\text{H}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$) ⁺	上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部	不鮮明 かぶり	-21.5	-11.2

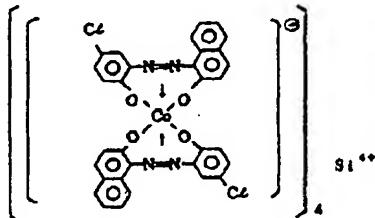
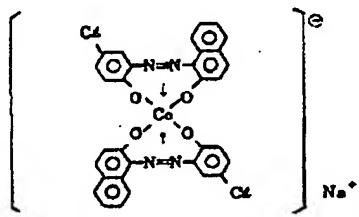
実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	画像性		帶電特性 ($\mu\text{C}/\text{V}$)	
			初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	安定性	
					初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)
8		Fe^{2+}	(アクリル-ステレン共聚物 : 60 部 カーボンブラック : 4 部 左記金属錯塩化合物 : 0.5 部) エライトキヤリア : 500 部	黑色鮮明 初期と同じ	-20.2	-20.1
比較例		Na^+	上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.5 部	不鮮明 かぶり	-21.0	-8.5

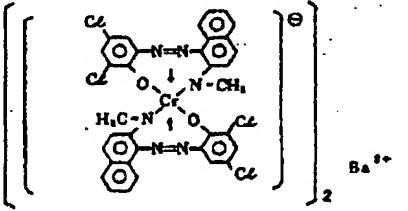
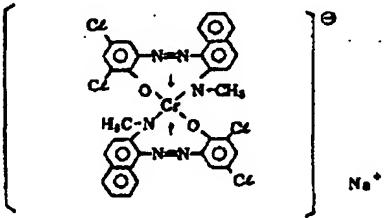
実験例	金属錯塩化合物	現像用の組成	画像性		電気特性 (μc/ℓ)	
			初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	安定性	初期 (1~5万枚目)
9		アクリル-ステレン共重合体 : 15部 ポリエチル系樹脂 : 5部 カーボンブラック : 2部 左記金属錯塩化合物 : 0.4部 接着剤 : 400部 $(H_3NCH_2CH_2CH_2N-CH_2CH_2N-$ $-CH_2)^{8+}$	黒色鮮明	初期と同じ	-23.2	-23.4
比較例		上記金属錯塩化合物のかわり 左記金属錯塩化合物 : 0.4部 $(H_3N-C_{10}H_{19})^+$		不鮮明 かぶり	-22.8	-12.5

実験例	金属錯塩化合物	現像用の組成	画像性		電気特性 (μc/ℓ)	
			初期 (1~5万枚目)	連続 (20万枚目)	安定性	初期 (1~5万枚目)
10		アクリル-ステレー共重合体 : 15部 カーボンブラック : 1部 左記金属錯塩化合物 : 0.2部 シリコン系樹脂 コーティングエラストomers : 400部 Ni^{2+}	黒色鮮明	初期と同じ	-19.5	-19.1
比較例		上記金属錯塩化合物のかわり 左記金属錯塩化合物 : 0.2部 Na^+		不鮮明 かぶり ぬ汚れ	-19.0	-7.5

実験例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	固 体 性		帶 電 特 性 (μc/V)	
			初 期 (1~5万枚目)	過 続 (20万枚目)	安 定 性	
					初 期 (1~5万枚目)	過 続 (20万枚目)
1.1		ポリエチル酸 200 部 カーボンブラック 15 部 左記金属錯塩化合物 2 部 マグネタイト 160 部	黒色鮮明	初期と同じ	-22.1	-22.3
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 2 部	不鮮明 かぶり		-25.0	-7.5

実験例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	固 体 性		帶 電 特 性 (μc/V)	
			初 期 (1~5万枚目)	過 続 (20万枚目)	安 定 性	
					初 期 (1~5万枚目)	過 続 (20万枚目)
1.2		アクリル-ステレン共重合体 : 20 部 カーボンブラック : 1.5 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部 フェライトキャリアー : 500 部	黒色鮮明	初期と同じ	-21.2	-21.1
比較例		上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部	不鮮明 かぶり		-20.8	-1.5

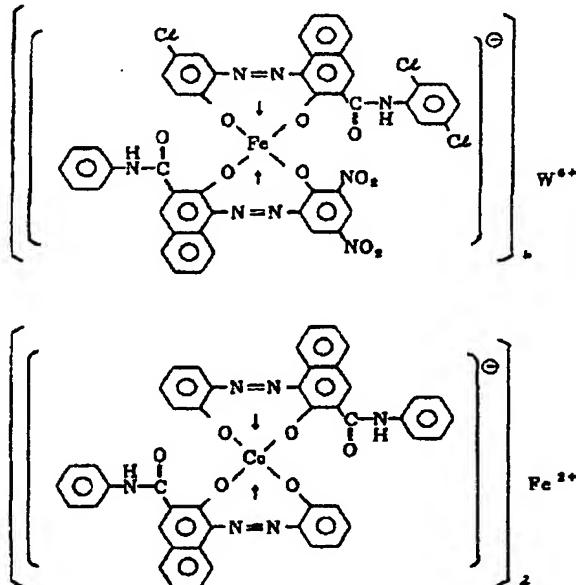
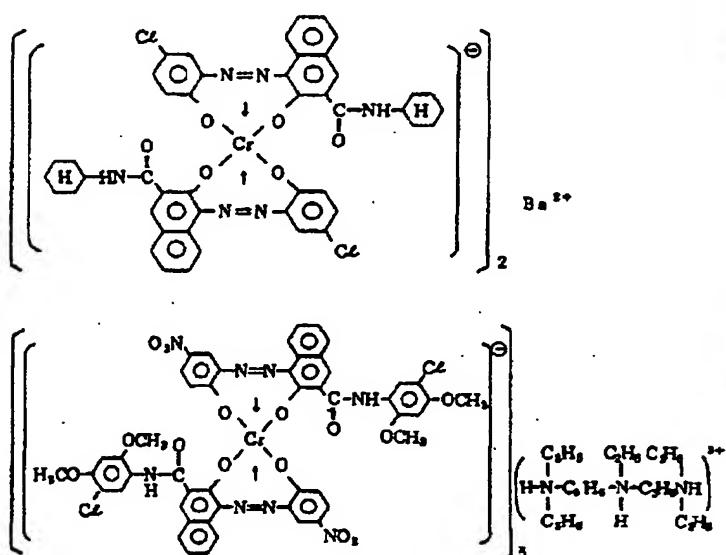
実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	感光性		感光特性 (μc/P)	
			初期	通常	安定性	
			(1~5万枚目)	(20万枚目)	初期	通常
15		<p>(エポキシ樹脂 : 20 部) カーボンプラック : 2 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部</p> <p>シリコーン樹脂 ローティングキャリヤー : 500 部</p>	黒色鮮明	初期と同じ	-224	-227
比較例		<p>上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部</p>		不鮮明 かぶり	-23.5	-9.4

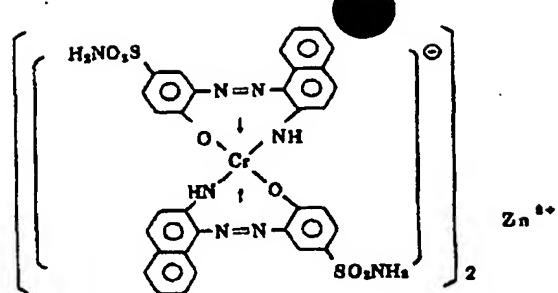
実施例	金属錯塩化合物	現像剤の組成	感光性		感光特性 (μc/P)	
			初期	通常	安定性	
			(1~5万枚目)	(20万枚目)	初期	通常
14		<p>アクリル-ステレン共重合体 : 200 部 カーボンプラック : 1 部 左記金属錯塩化合物 : 2 部 マグネタイト : 150 部</p>	黒色鮮明	初期と同じ	-18.9	-19.1
比較例		<p>上記金属錯塩化合物のかわりに 左記金属錯塩化合物 : 2 部</p>		不鮮明 かぶり 細凹れ	-19.0	-6.5

実験例	金属錯塩化合物	現像材の組成	感度性		荷電特性 (μC/s)	
			初期	通常	安定性	
			(1~5万枚目)	(20万枚目)	初期	通常
15		<p>アクリル-ステレン共重合体 : 20 部 カーボンブラック : 2 部 左記金属錯塩化合物 : 0.2 部 支持キャリアー : 400 部</p>	黒色不明	初期と同一	-20.5	-20.1
比較例		<p>上記金属錯塩化合物のかわり 右記金属錯塩化合物 : 0.2 部</p>		不鮮明 かぶり	-21.0	-25

せ後中にまとめて示した。

実験例1の金属錯塩化合物のかわりに下記構造の化合物を使用することによって、実験例1と同様に100万枚の通常現像においても画像性および帯電特性に変化なく鮮明で良好画像を得た。





保土谷化学工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.